

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-233725

(43)Date of publication of application : 17.09.1990

(51)Int. Cl.

C08G 69/32

C08L 77/00

(21)Application number : 01-054638

(71)Applicant : HITACHI CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 07.03.1989

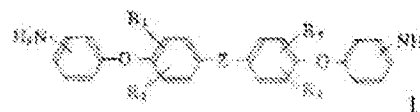
(72)Inventor : SAKATA TOICHI
NISHIZAWA HIROSHI
MUKOYAMA YOSHIYUKI

(54) AROMATIC POLYAMIDE COMPOSITION AND PRODUCTION OF TRANSPARENT AROMATIC POLYAMIDE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the transparent title polyamide reduced in coloring, having good heat resistance and film formation in low-temperature treatment by reacting an aromatic diamine expressed by a specific structural formula with an aromatic dicarboxylic acid expressed by a specific structural formula.

CONSTITUTION: An aromatic diamine expressed by (A) formula I or (B) formula II [z and z' are O, C(CH₂)₃, C(CF₃)₂, SO₂ or CH₂; R₁ to R₈ are alkyl] is reacted with (C) an aromatic dicarboxylic acid expressed by formula III or acid derivative thereof to provide the aimed polyamide. Furthermore, preferably the component A contains 50-10mol% 2,2-bis[4-(4-aminophenoxy)phenyl]propane and the component B contains 50-90mol% 4,4'-diaminodiphenyl ether and the component C contains 50-90mol% terephthalic acid and 50-10mol% isophthalic acid.



⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-233725

⑬ Int. Cl.⁹

C 08 G 69/32
C 08 L 77/00

識別記号

NSU
LQX

庁内整理番号

7038-4J
7038-4J

⑭ 公開 平成2年(1990)9月17日

審査請求 未請求 請求項の数 8 (全8頁)

⑮ 発明の名称 透明な芳香族ポリアミドの製造法および芳香族ポリアミド組成物

⑯ 特 願 平1-54638

⑰ 出 願 平1(1989)3月7日

⑱ 発 明 者 坂 田 海 一 茨城県日立市東町4丁目13番1号 日立化成工業株式会社
茨城研究所内

⑲ 発 明 者 西 沢 広 茨城県日立市東町4丁目13番1号 日立化成工業株式会社
茨城研究所内

⑲ 発 明 者 向 山 吉 之 茨城県日立市東町4丁目13番1号 日立化成工業株式会社
茨城研究所内

⑳ 出 願 人 日立化成工業株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号

㉑ 代 理 人 弁理士 若林 邦彦

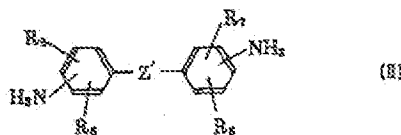
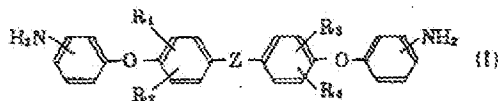
明 細 書

1. 発明の名称

透明な芳香族ポリアミドの製造法および芳香族
ポリアミド組成物

2. 特許請求の範囲

1. 一般式(I)又は(II)



(式中ZおよびZ'は-O-, -C(CH₃)₂-, -C(CF₃)₂-, SO₂
又は-CH₂-でありR₁~R₈はアルキル基であり
これらは互いに同じであっても異なつていてもよ
い)で表わされる芳香族ジアミンと、一般式(II)



(III)

で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその酸誘導
体とを反応させることを特徴とする透明な芳香族
ポリアミドの製造法。

2. 一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンを
50~10モル、一般式(II)で表わされる芳香族
ジアミンを50~90モルとした請求項1記載
の透明な芳香族ポリアミドの製造法。

3. 一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンが2,
2'-ビス〔4-(4-アミノフェノキシ)フェニ
ル〕プロパンであり、一般式(II)で表わされる芳香
族ジアミンが4,4'-ジアミノジフェニルエーテル
である請求項1又は2記載の透明な芳香族ポリア
ミドの製造法。

4. 一般式(III)で表わされる芳香族ジカルボン酸
がテレフタル酸50~90モルとイソフタル酸
50~10モルである請求項1, 2又は3記載
の透明な芳香族ポリアミドの製造法。

5. 請求項1記載の透明な芳香族ポリアミドを

特開平2-233725 (2)

有機電解質溶液中に溶解してなる芳香族ポリアミド組成物。

6. 一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンを50～10モル当り、一般式(II)で表わされる芳香族ジカルボン酸を50～90モル当りとした請求項5記載の芳香族ポリアミド組成物。

7. 一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンが2-ビス〔4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕プロパンであり、一般式(II)で表わされる芳香族ジカルボン酸が4,4'-ジアミノジフェニルエーテルである請求項5又は6記載の芳香族ポリアミド組成物。

8. 一般式(II)で表わされる芳香族ジカルボン酸がテレフタル酸50～90モル当りとイソフタル酸50～10モル当りである請求項5, 6又は7記載の芳香族ポリアミド組成物。

3. 発明の効果を説明

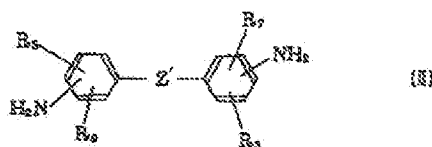
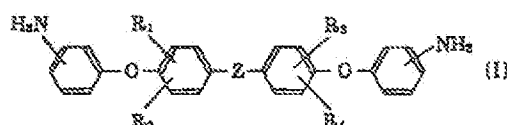
(産業上の利用分野)

本発明は透明性に優れた芳香族ポリアミドおよびこれを用いた芳香族ポリアミド組成物に関する。

従来のフィルム形成が良好な芳香族ポリアミドの製造法およびこれを用いた組成物を提供することである。

(課題を解決するための手段)

本発明は一般式(I)又は(II)



(式中、ZおよびZ'は-O-, $-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$, $-\text{C}(\text{CF}_3)_2-$, SO_2 又は $-\text{CH}_2-$ であり、 $\text{R}_1 \sim \text{R}_8$ はアルキル基であり、

これらは互いに同じであつても異なつていてもよい)で表わされる芳香族ジアミンと、一般式(II)

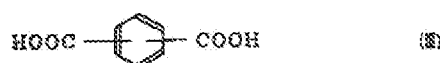
(従来の技術)

電気、電子材料として用いられている有機電解質可溶性ポリイミド樹脂及びポリアミドイミド樹脂は、耐熱性に優れたものの一般に黄色、黄褐色、赤褐色、茶黄色などに着色しており光透過性が十分でない。したがって光センサー、画像形成用材料、カラー液晶用配向膜、太陽電池等の無色透明性が要求される各種保護膜として使用できない問題があつた。一方ポリアミド樹脂は初期の着色は少ないものの加熱により着色を生じる場合が多く、又、耐熱性に劣るのが通例であつた。

一方、耐熱性に優れたポリアミド樹脂であるアラミド系は着色が激しく赤褐色、又は茶褐色を有しており透過性が悪いという問題がある。また光透過性を重視する電気、電子材料分野では光透過性と、耐熱性が良好で低湿処理で被膜形成できるものが望まれている。

(発明が解決しようとする課題)

本発明は、この様な問題点を解決するものであり透明で着色の少ない、かつ耐熱性および低湿処

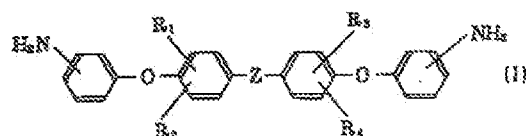


で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその酸誘導体とを反応させる透明な芳香族ポリアミドの製造法およびこのポリアミドを用いた芳香族ポリアミド組成物に関する。

まず本発明における透明な芳香族ポリアミドについて以下説明する。

本発明における芳香族ジアミンとしては下記した一般式(I), (II)で表わされるものが用いられる。

一般式(I)



(式中Zは-O-, $-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$, $-\text{C}(\text{CF}_3)_2-$, SO_2 又は $-\text{CH}_2-$ であり、 $\text{R}_1 \sim \text{R}_4$ はアルキル基でありこれらは互いに同じであつても異なつていてもよい)

は互いに同じであつても異なつていてもよい)で

2-233725 (6)

2,2-ビス〔4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕プロパン、2,2-ビス〔3-メチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕プロパン、
 2,2-ビス〔3-クロロ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕プロパン、2,2-ビス〔3-ブromo-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕
 プロパン、2,2-ビス〔3-エチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕プロパン、2,2-ビス〔3-イソ
 プロピル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕プロパン、2,2-ビス〔3-ブチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕
 プロパン、2,2-ビス〔3-sec-ブチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕プロパン、2,2-ビス〔3-メトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)
 フェニル〕プロパン、2,2-ビス〔3-エトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕プロ
 パン、2,2-ビス〔3,5-ジメチル-4-(4-

アミノフェノキシ}フェニル}プロペン, 2,2-
ビス〔3,5-ジクロロ-4-(4-アミノフェノ
キシ)フェニル}プロペン, 2,2-ビス〔3,5-
ジプロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニ
ル}プロペン, 2,2-ビス〔3,5-ジメトキシ-
4-(4-アミノフェノキシ)フェニル}プロペ
ン, 2,2-ビス〔3-クロロ-4-(4-アミノ
フェノキシ)-5-メチルフェニル}プロペン,
1,1-ビス〔4-(4-アミノフェノキシ)フェ
ニル}エタン, 1,1-ビス〔3-メチル-4-
(4-アミノフェノキシ)フェニル}エタン, 1,
1-ビス〔3-クロロ-4-(4-アミノフェノ
キシ)フェニル}エタン, 1,1-ビス〔3-プロ
モ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル}エ
タン, 1,1-ビス〔3-エチル-4-(4-アミ
ノフェノキシ)フェニル}エタン, 1,1-ビス
〔3-プロピル-4-(4-アミノフェノキシ)
フェニル}エタン, 1,1-ビス〔3-イソプロピ
ル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル}エ
タン, 1,1-ビス〔3-ブチル-4-(4-アミ

ノフエノキシ)フエニル}エタン, 1,1-ビス
{3-sec-ブチル-4-(4-アミノフエノキシ)フエニル}エタン, 1,1-ビス[3-メトキシ-4-(4-アミノフエノキシ)フエニル}エタン, 1,1-ビス[3-エトキシ-4-(4-アミノフエノキシ)フエニル}エタン, 1,1-ビス[3,5-ジメチル-4-(4-アミノフエノキシ)フエニル}エタン, 1,1-ビス[3,5-ジクロロ-4-(4-アミノフエノキシ)フエニル}エタン, 1,1-ビス[3,5-ジブromo-4-(4-アミノフエノキシ)フエニル}エタン, 1,1-ビス[3,5-ジメトキシ-4-(4-アミノフエノキシ)フエニル}エタン, 1,1-ビス[3-クロロ-4-(4-アミノフエノキシ)フエニル-5-メチルフエニル}エタン, ビス[4-(4-アミノフエノキシ)フエニル}メタン, ビス[3-メチル-4-(4-アミノフエノキシ)フエニル}メタン, ビス[3-クロロ-4-(4-アミノフエノキシ)フエニル}メタン, ビス[3-ブromo-4-(4-アミノフエノキシ)フエニル}メタ

ン、ビス〔3-エチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕メタン、ビス〔3-プロピル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕メタン、
ビス〔3-イソプロピル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕メタン、ビス〔3-ブチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕メタン、
ビス〔3-sec-ブチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕メタン、ビス〔3-メトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕メタン、
ビス〔3-エトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕メタン、ビス〔3,8-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕メタン、
ビス〔3,5-ジクロロ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕メタン、ビス〔3,5-ジプロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕メタン、
ビス〔3,5-ジメトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕メタン、ビス〔3-クロロ-4-(4-アミノフェノキシ)-5-メチルフェニル〕メタン、1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス〔4-(4-アミノフェノキシ)

特開平2-233725 (4)

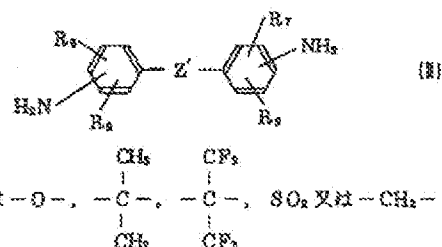
シ)フエニル]プロパン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサ
クロロ-2,2-ビス〔4-(4-アミノフェノキ
シ)フエニル]プロパン, 3,3-ビス〔4-(4
-アミノフェノキシ)フエニル]ペンタン, 1,1
-ビス〔4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]
プロパン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2,2
-ビス〔3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェ
ノキシ)フエニル]プロパン, 1,1,1,3,3,3-ヘ
キサクロロ-2,2-ビス〔3,5-ジメチル-4-(
4-アミノフェノキシ)フエニル]プロパン,
3,5-ビス〔3,5-ジメチル-4-(4-アミノ
フェノキシ)フエニル]ペンタン, 1,1-ビス〔3
,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フ
エニル]プロパン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオ
ロ-2,2-ビス〔3,5-ジプロモ-4-(4-アミ
ノフェノキシ)フエニル]プロパン, 1,1,1,3,3
,3-ヘキサクロロ-2,2-ビス〔3,5-ジプロモ
-4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]プロ
パン, 3,3-ビス〔3,5-ジプロモ-4-(4-ア
ミノフェノキシ)フエニル]ペンタン, 1,1-

される芳香族ジアミンとしては具体的にはm-フェニレンジアミン、p-フェニレンジアミン、4,4'-ジアミノジフェニルメタン、4,4'-ジアミノジフェニルエーテル、4,4'-ジアミノジフェニルスルホン、4,4'-ジアミノジフェニルプロパン-2,2', 4,4'-ジアミノジフェニルスルフィド、1,5-ジアミノナフタリン、4,4'-ジアミノジフェニルエタン、m-トリレンジアミン、p-トリレンジアミン、3,4'-ジアミノベンズアニリド、1,4'-ジアミノナフタリン、3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミノジフェニル、ベンチジン、4,4'-ジアミノジフェニルアミン、4,4'-ジアミノジフェニル-N-メチルアミン、4,4'-ジアミノジフェニル-N-フェニルアミン、3,3'-ジアミノジフェニルスルホン、4,4'-ジアミノジフェニルジエチルシラン、4,4'-ジアミノジフェニルシランなどがある。

一般式(1)で表わされる芳香族ジアミンとしては
2,2-ビス〔4-(4-アミノフェノキシ)フェニ
ル〕プロパンが好ましく、一般式(2)で表わされる

ビス〔3,5-ジブロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕プロパン, 2,2-ビス〔4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕ブタン, 2,2-ビス〔3-メチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕ブタン, 2,2-ビス〔3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕ブタン, 2,2-ビス〔3,5-ジブロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕ブタン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス〔3-メチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕プロパンなどがあげられる。

— 272 —



であり $R_1 \sim R_2$ は、アルキル基でありこれらは互
いに同じであつても異なつていてもよい)で表わ

芳香族ジアミンとしては、 m -ジアニノジフエニルエーテルが好ましく用いられる。

本発明において、一錠剤⁽¹⁾で渡される芳香族ジアミンを50～100モル、一錠剤⁽²⁾で渡される芳香族ジアミンを50～80モルで用いることが好ましい。特に好ましくは前者が10～20モル、後者が90～80モルである。

一般式(1)で表わされる芳香族ジアミンが、50モルを越えるとフィルム形成性、耐熱耐酸性は良好であるが、耐熱性が低下し、10モルの未満では耐熱性は向上するが、フィルム形成性と可とう性が低下する傾向がある。

[illegible]

誘明を誘導媒ポリアリミドが得られる範囲内で一
般酸性剤として下記のジアミン化合物を併用する
ことができる。酸性剤の使用量は、一般式(1)で表
わされる誘導媒ジアミンおよび一般式(2)で表わさ

特開平2-233725 (6)

わされる芳香族ジカルボン酸又はその酸誘導体に対して30モル%以下が好ましい。

本発明における上記の一般式(I)又は(II)で表わされる芳香族ジアミンと一般式(III)で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその酸誘導体との使用割合(I)/(II)はほぼ等モルとすることが好ましく、1.02~0.98(当量比)とすることがより好ましい。

本発明において一般式(I)又は(II)で表わされる芳香族ジアミンと一般式(III)で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその酸誘導体との反応は、N,N-ジメチルアセトアミド、N,N-ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドン等へ極性溶媒中で、好ましくは室温から210℃、特に好ましくは140~210℃の温度で行われる。

本反応は脱水縮合反応であり高分子量のポリアミドを得るためには脱水触媒及び溶解助剤を添加して行うのが好ましい。脱水触媒としては、重りん酸トリエステルが用いられるが、好ましくは重りん酸トリフェニルが効果的であり、かつその反

応助剤としてピリジンが有効である。溶解助剤としては、塩化リチウム、塩化カルシウム等を用いることが好ましい。又高温下における酸化を防止するために窒素ガスなどの不活性ガスを吹き込むから行うのが好ましい。

本発明により得られる透明な芳香族ポリアミドの分子量は強度と耐熱性を考慮すると還元粘度で0.3(dℓ/g)以上であることが好ましい。特に好ましくは0.4(dℓ/g)以上である。0.3(dℓ/g)未満ではもろくなる傾向がある。

上記の方法によつて得られた透明な芳香族ポリアミドはミキサーで水中に分散し、反応時に使用した触媒、副生成物を除去乾燥して芳香族ポリアミドの樹脂粉末を得る。この樹脂を再度有機極性溶媒中に均一に溶解させて、透明な芳香族ポリアミド組成物とする。

また、本発明においては上記の方法によつて得られた芳香族ポリアミドの樹脂粉末をそのまま透明な芳香族ポリアミド組成物としてもよい。

本発明に用いられる有機極性溶媒としては、例

えば、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジエチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、N,N-ジエチルアセトアミド、N-メチルピロリドン、ヘキサメチレンスルホキシド、γ-ブチラクトン、フェノール、o-クレゾール、m-クレゾール、p-クレゾール、キシレノール、ハロゲン化フェノール等を挙げることができる。経済性、作業性を考慮すると、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドン、フェノール、o-クレゾール、m-クレゾール、p-クレゾール、キシレノール、ハロゲン化フェノールを用いることが好ましい。

又、有機極性溶媒にキシレン、エチルセロソルブ、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ハロゲン化炭化水素などを一部配合した混合溶媒としてもよい。

本発明における透明な芳香族ポリアミド組成物の樹脂粘度は有機極性溶媒中好ましくは1~50重量%,より好ましくは5~25重量%とされる。また溶液粘度は25℃の回転粘度が0.1~10³ポ

イズであることが好ましい。

本発明における透明な芳香族ポリアミド組成物は、例えば、回路基板、光センサーの表面被覆、画像形成材料、カラー液晶配向膜、着色の少ない耐熱性フィルム等々に使用できる。

(実施例)

本発明の実施例を説明する。

実施例1

成 分	グラム	モル
4,4'-ジアミノジフェニルエーテル(DDE)	140	0.7
2,2'-ビス[4-(4-アミノフェニル)プロパン](BAPP)	123	0.3
テレフタル酸	99.6	0.5
イソフタル酸	66.4	0.4
N-メチルピロリドン	600	-
重りん酸トリフェニル	310	1.0
ピリジン	200	-
リチウムクロライド	50	-

上記成分を温度計、かきまぜ機、窒素導入管、水分定量器、冷却器をつけた四つ口フラスコに入

特開平2-233725 (7)

れ酸素ガスを通し攪拌しながら100℃に昇温し同温度で4時間反応を行い、次いで徐々に温度を上げ150℃で反応を進めた。反応の終点は、HPLC（高速液体クロマトグラフ）で管理し還元粘度0.60（dl/g）のポリアミド樹脂を得た。得られたポリアミドワニスをミキサーで水中に分散して懸液、触媒等を除去した粉状の樹脂を得た。

さらに、水及びメタノールで洗浄し、残存触媒副生成物を除いた。次いで、この粉体樹脂を回収し減圧乾燥して粉状の芳香族ポリアミドを得た。この芳香族ポリアミドをジメチルホルムアミドに溶解し、濃度20重量%のワニスを調整した。このワニスを平滑なガラス板上に60μmの厚さに塗布し、200℃の熱風送風乾燥機で30分間焼付けを行いフィルムを得た。フィルムの性状、Tgおよび可視光透過率の評価結果を表1に示した。

実施例2

成 分	グラム	モル
DDE	140	0.7

ビリジン	190	-
リチウムクロライド	48	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成、精製を行い、還元粘度0.60（dl/g）の芳香族ポリアミドを得た。実施例1と同様の方法で調整したワニスについてフィルムを作製し、その評価結果を表1に示した。

比較例1

成 分	グラム	モル
DDE	80	0.4
BAPP	248	0.6
テレフタル酸	66.4	0.4
イソフタル酸	99.6	0.6
N-メチルピロリドン	918	-
亜りん酸トリフェニル	310	1.0
ビリジン	230	-
リチウムクロライド	57.4	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成及び精製を行い、還元粘度0.55（dl/g）の芳香族ポリアミドを得た。実施例1と同様の方法でフィルム

BAPP	123	0.3
テレフタル酸	115.2	0.7
イソフタル酸	49.8	0.3
N-メチルピロリドン	800	-
亜りん酸トリフェニル	310	1.0
ビリジン	200	-
リチウムクロライド	50	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成、精製を行い、還元粘度0.65（dl/g）の芳香族ポリアミドを得た。また、実施例1と同様の方法で調整したワニスについてフィルムを作製し、その評価結果を表1に示した。

実施例3

成 分	グラム	モル
DDE	140	0.8
BAPP	82	0.2
テレフタル酸	132.8	0.8
イソフタル酸	33.2	0.2
N-メチルピロリドン	762	-
亜りん酸トリフェニル	310	1.0

ムを作製し、その評価結果を表1に示した。

比較例2

成 分	グラム	モル
DDE	196	0.98
BAPP	82	0.02
テレフタル酸	157.7	0.95
イソフタル酸	83	0.05
N-メチルピロリドン	620	-
亜りん酸トリフェニル	310	1.0
ビリジン	173	-
リチウムクロライド	43	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成及び精製を行い、還元粘度0.60（dl/g）の芳香族ポリアミドを得た。実施例1と同様の方法でフィルムを作製し、その評価結果を表1に示した。

比較例3

成 分	グラム	モル
DDE	80	0.4
BAPP	248	0.6
テレフタル酸	157.7	0.95

特開平2-233725 (8)

インフタル酸	83	0.05
N-メチルピロリドン	918	-
無りん酸トリフェニル	310	1.0
ピリジン	230	-
リチウムクロライド	57.4	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成及び精製を行い、還元粘度0.53 (dl/g)の芳香族ポリアミドを得た。実施例1と同様の方法でフィルムを作製し、その評価結果を表1に示した。

前記において、還元粘度の測定は次のようにして行つた。すなわち、アセトン500 mlを高濃度揮発させておき、その中に10%に希釈した芳香族ポリアミドワニス溶液を徐々に滴下し樹脂を析出させる。析出した樹脂をろ別し、脱溶媒を行うためアセトン300 mlでリソライズを3時間行う。ついで減圧乾燥器で150℃、2時間の乾燥を行い粉状ポリイミド樹脂を得る。

試料濃度：0.5 g/dl、測定溶媒：ジメチルホルムアミド、測定温度：30℃の条件で、キャノンフェンスケ粘度計で測定した。

表1に示すガラス転移点 (T_g) の測定は、フィルムを熱物性試験(パーキンエルマー社製)で測定した。測定条件：引張り法、昇温速度：5℃/min、荷重：5 g、サンプル：2 mm、スパン10 mm。

表1に示す可視光透過性は、50 μ mのフィルムを日立可視紫外分光光度計をもちいて900 nm～400 nmの透過率を測定し、透過率減少開始点の波長をもつて表わした。

表1に示すフィルムの性状は、200℃で30分焼付けた時の皮膚の指感強度で表現した。○は「強靱」を示す。

表1に示すフィルムの着色は目視による。

以

項 目	実 例			比 較 例		
	1	2	3	1	2	3
成分	0.7	0.7	0.6	0.4	0.98	0.4
還元粘度	0.3	0.3	0.2	0.6	0.02	0.6
性状	0.6	0.7	0.8	0.4	0.95	0.95
性状	0.4	0.3	0.2	0.6	0.05	0.05
性状	0.60	0.65	0.60	0.55	0.45	0.62
性状	○	○	○	○	○	○
性状	270	293	288	240	290	245
性状	420以上	420以上	420以上	460以上	460以上	450以上
性状	無色	無色	無色	微乳白色	微乳白色	微乳白色

* 透過率85%以上の波長

(発明の効果)

本発明により、耐熱性およびフィルム形成性に優れ、かつ無色に近い透明な芳香族ポリアミド及びこれを用いた組成物を得ることができる。

代理人 弁護士 若 林 邦 彦